

DERWENT-ACC-NO: 1995-134167

DERWENT-WEEK: 199518

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Magnetic recording medium prepn - by oblique sputtering  
flexible non-magnetic substrate without heating with,  
e.g. chromium@ undercoat layer, cobalt@-nickel@-chromium@  
alloy magnetic thin film, etc

PATENT-ASSIGNEE: TDK CORP[DENK]

PRIORITY-DATA: 1993JP-0214943 (August 6, 1993)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 07057237 A	March 3, 1995	N/A	006	G11B 005/66

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP 07057237A	N/A	1993JP-0214943	August 6, 1993

INT-CL (IPC): G11B005/66, G11B005/84

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 07057237A

BASIC-ABSTRACT:

Medium is prepd. by lamination of an undercoat layer made of Cr or W or Mo, a magnetic thin film made of a Co-Ni-Cr alloy or a Co-Ta-Cr alloy or a C-Ni-Ta-Cr alloy, in order, by oblique sputtering on at least one side of a flexible non-magnetic substrate without heating of the substrate. The magnetic thin has 50-400 Angstroms of thickness and at least 1750 Oe of coercivity at in-plane direction.

USE/ADVANTAGE - The medium is suitable for in-plane recording. The medium has at least 1750 of Hc without using Pt.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.2/2

TITLE-TERMS: MAGNETIC RECORD MEDIUM PREPARATION OBLIQUE SPUTTER  
FLEXIBLE NON

MAGNETIC SUBSTRATE HEAT CHROMIUM@ UNDERCOAT LAYER COBALT@  
NICKEL@  
CHROMIUM@ ALLOY MAGNETIC THIN FILM

DERWENT-CLASS: L03 M13 T03

CPI-CODES: L03-B05E; M13-G01; M26-B08;

EPI-CODES: T03-A02;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1995-061787

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N1995-105512

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-57237

(43) 公開日 平成7年(1995)3月3日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

G 1 1 B 5/66

5/84

識別記号

庁内整理番号

9196-5D

A 7303-5D

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数4 F D (全6頁)

(21) 出願番号 特願平5-214943

(22) 出願日 平成5年(1993)8月6日

(71) 出願人 000003067

ティーディーケイ株式会社

東京都中央区日本橋1丁目13番1号

(72) 発明者 徳岡 保導

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

(72) 発明者 古武家 隆敬

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

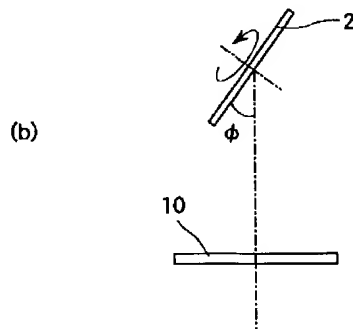
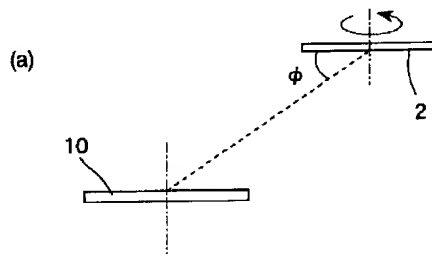
(74) 代理人 弁理士 石井 陽一

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体およびその製造方法

(57) 【要約】

【目的】 高価なPtを使用しないCo-Ni-Cr系、Co-Ta-Cr系あるいはCo-Ni-Ta-Cr系の磁性薄膜において、スパッタの際に基板を加熱することなく1700 0eを超える保磁力を実現する。

【構成】 ディスク状の非磁性基体2の少なくとも一方の面上に、Cr、WまたはMoからなる下地層とCo-Ni-Cr系合金、Co-Ta-Cr系合金またはCo-Ni-Ta-Cr系合金からなる磁性薄膜とをスパッタにより形成して磁気記録媒体を製造するに際し、ターゲット10表面の中心と非磁性基体2表面の中心とを結ぶ線が非磁性基体2表面となす角度 $\phi$ を40度以下とし、かつ、非磁性基体2を加熱しない。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ディスク状の非磁性基体の少なくとも一方の面上に、下地層と磁性薄膜とを有する磁気記録媒体であって、

下地層がCr、WまたはMoのスパッタ膜であり、磁性薄膜が、Co-Ni-Cr系合金、Co-Ta-Cr系合金またはCo-Ni-Ta-Cr系合金から構成されるスパッタ膜であり、スパッタの際に非磁性基体を加熱せず、かつ、ターゲットからの粒子を非磁性基体表面に対し斜め方向から入射させて形成したものであり、厚さが50～400 Åであり、面内方向の保磁力が1750 Oe以上であることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 ディスク状の非磁性基体の少なくとも一方の面上に、Cr、WまたはMoからなる下地層とCo-Ni-Cr系合金、Co-Ta-Cr系合金またはCo-Ni-Ta-Cr系合金からなる磁性薄膜とをスパッタにより形成して磁気記録媒体を製造する方法であって、

ターゲット表面の中心と非磁性基体表面の中心とを結ぶ線が非磁性基体表面となす角度を $\phi$ としたとき、磁性薄膜を形成するときの角度 $\phi$ が40度以下であり、かつ、磁性薄膜形成の際に非磁性基体を加熱しないことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項3】 磁性薄膜形成の際に非磁性基体を回転させる請求項2の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項4】 請求項1の磁気記録媒体が製造される請求項2または3の磁気記録媒体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明はスパッタによって成膜した磁性薄膜を有する面内磁気記録用の磁気記録媒体と、その製造方法とに関する。

## 【0002】

【従来の技術】 A1合金基板上などに磁性薄膜を形成したハードディスクの記録密度は、過去10年間で一倍以上の伸びを示し、さらにこの伸び率を維持する方向で高記録密度化の検討が進められている。このような高記録密度化を実現していく上で媒体の高保磁力化がますます重要になっている。

【0003】 スパッタによる磁性薄膜を有する磁気ディスク媒体の保磁力も媒体の高記録密度化とともに増大し、当初の900 Oe程度から現在では1500 Oe前後が主流になりつつある。さらに今後の高記録密度化を想定すると、媒体の保磁力として約1700 Oe以上の実用化が重要になってきている。

【0004】 現在、検討されているスパッタによる磁性薄膜の磁気特性は、組成の大部分を占める強磁性金属Coに由来するところが大きい。Coのみの薄膜では得られる保磁力はせいぜい500 Oe以下と極めて小さい。このため、他元素との合金化や膜構造の検討などが

行なわれ、保磁力が1000～2000 Oeの範囲の磁性薄膜が得られている。このうち、現在、主として製品化ないし検討されている磁性膜は、Co-Ni-Cr系、Co-Ta-Cr系、Co-Pt-Cr系などである。これらはいずれも、基板上に設けた非磁性Cr下地層の上に形成する。Cr下地層は、その上に成膜されるCr、Ni、Ta、Ptなどを含む六方晶Co合金のc軸を基板面内に向け、磁性層の面内保磁力を高める作用を果たしている。これについては、体心立方構造をとる下地層Crの(110)面が基板表面に平行に配向して成長し、このCrの(110)面上に、六方晶Co合金のc軸を面内に含む結晶面、例えば、(101)面などがエピタキシャル的に成長するため、六方晶Co合金の磁化容易軸であるc軸が基板面内に配向して面内保磁力が大きくなるなどの説明がなされている。ただし、後述するように、Co-Pt-Cr系以外は、成膜時に基板を加熱しない場合には1500 Oe以上の保磁力が得られていない。このため、Co-Ni-Cr系やCo-Ta-Cr系ではスパッタ時の基板加熱が重要になっており、通常、100～300℃まで基板を加熱したり、また、同時に-30～-200 V程度の基板バイアス電圧を印加することなどにより、合金の結晶化やCrの偏析を促進して1500 Oeを超える高保磁力を実現しているのが現状である。この例として、資料1：“CoNiCr/Crスパッタハードディスクの高保磁力化” 電子情報通信学会技術研究報告CPM88-92, p. 23-p. 28 (1988)を挙げることができる。例えば、同資料の図2に示されるように基板温度の上昇により保磁力は増加し、さらに同資料の図5、6に示されるように基板温度200℃以上でバイアス電圧を印加すると1500 Oeから2000 Oe以上の高保磁力が得られることがわかる。ただし、同資料の図2に示されるように、基板温度が150℃以下では保磁力は1000 Oe以下である。

【0005】 一方、磁性層の厚さを薄くすることも高保磁力化に有効であり、磁性層の膜厚を100～300 Å程度まで薄くすることにより1500 Oe前後の保磁力を得ている例もある。この例として、

資料2：“Magnetic and Recording Characteristics of Very Thin Metal-Film Media”；IEEE Trans. on Mag. vol.25, p.3869-p.3871(1989)、

資料3：“Dependence of Magnetics, Microstructures and Recording Properties on Underlayer Thickness in CoNiCr/Cr Media”；IEEE Trans. on Mag.vol.24, p.2727-p.2729(1988)、

資料4：“A Comparison of Magnetic and Recording Properties of Sputtered Ternary Alloys for High Density Applications”；IEEE Trans. on Mag.vol.23, p.122-p.124(1987)、

資料5：“Magnetic Properties and Read-Write Charac

teristics of Multilayer Films on a Glass Substrate"; IEEE Trans. on Mag. vol.24, p.2982-p.2984(1988)、

資料6:"高密度CoNiCr二層膜媒体"; 電子情報通信学会技術研究報告 CPM89-78, p.7-p.11(1989) \*

\*などが挙げられる。これらの資料に示される磁性薄膜の保磁力を表1にまとめて示す。

【0006】

【表1】

資料 No.	成分	磁性薄膜		Cr下地層 厚さ [Å]	基板 加熱温度 [°C]	基板 バイアス [V]	掲載 箇所
		厚さ [Å]	保磁力 [Oe]				
①	Co-Ni-Cr	400	~1000	3000	100以下	なし	図2
	Co-Ni-Cr	400	1500	3000	290	なし	図2
	Co-Ni-Cr	400	2300	1500	200	-200	図5
②	Co-Ni-Cr	100~200	1400~1500	1000	なし	なし	Fig.1
③	Co-Ni-Cr	260~300	~1500	1000~2000	なし	なし	Fig.1(a)
④	Co-Ni-Cr	100~200	~1550	2500	なし	なし	Fig.2
⑤	Co-Ni-Cr	~200	1650	3000	150	なし	Fig.4
⑥	Co-Ni-Cr	250	約 1550	2000	200	なし	p.9

【0007】表1から、磁性薄膜を薄くすることにより高保磁力化が可能であることがわかる。なお、磁性薄膜を薄くすることは媒体ノイズの低減にも有効であり、今後の高記録密度磁気ディスクの進むべき方向の一つを示唆するものとなっている。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】上述した従来技術によれば、保磁力として約1700 Oe以上を実現するには、Ptを含む系の磁性膜とするか、あるいは資料1に示されるように200°C以上の基板加熱と基板バイアス電圧の印加とが必要であった。しかし、高価なPtの使用は媒体コストの上昇につながるもので好ましくない。また、基板加熱と基板バイアスの印加もコスト増の要因となる。さらに、NiPめっきにより表面硬度を改善したAl基板を使用する場合は、非磁性のNiPが熱処理により磁性を帯びる危険性が強まるので、基板加熱はできるだけ避けることが好ましい。

【0009】本発明の目的は、高価なPtを使用しないCo-Ni-Cr系、Co-Ta-Cr系あるいはCo-Ni-Ta-Cr系の磁性薄膜において、スパッタの際に基板を加熱することなく1700 Oeを超える保磁力を実現することである。

【0010】このような本発明の目的は、例えば上記表1に示されるように、従来技術では達成されていない。

【0011】

【課題を解決するための手段】このような目的は、下記(1)~(4)の本発明により達成される。

(1) ディスク状の非磁性基体の少なくとも一方の面上に、下地層と磁性薄膜とを有する磁気記録媒体であって、下地層がCr、WまたはMoのスパッタ膜であり、磁性薄膜が、Co-Ni-Cr系合金、Co-Ta-Cr系合金またはCo-Ni-Ta-Cr系合金から構成※50

※されるスパッタ膜であり、スパッタの際に非磁性基体を加熱せず、かつ、ターゲットからの粒子を非磁性基体表面に対し斜め方向から入射させて形成したものであり、厚さが50~400 Åであり、面内方向の保磁力が1750 Oe以上であることを特徴とする磁気記録媒体。

(2) ディスク状の非磁性基体の少なくとも一方の面上に、Cr、WまたはMoからなる下地層とCo-Ni-Cr系合金、Co-Ta-Cr系合金またはCo-Ni-Ta-Cr系合金からなる磁性薄膜とをスパッタにより形成して磁気記録媒体を製造する方法であって、ターゲット表面の中心と非磁性基体表面の中心とを結ぶ線が非磁性基体表面となす角度を $\phi$ としたとき、磁性薄膜を形成するときの角度 $\phi$ が40度以下であり、かつ、磁性薄膜形成の際に非磁性基体を加熱しないことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

(3) 磁性薄膜形成の際に非磁性基体を回転させる上記(2)の磁気記録媒体の製造方法。

(4) 上記(1)の磁気記録媒体が製造される上記

(2)または(3)の磁気記録媒体の製造方法。

【0012】

【作用および効果】本発明では、ターゲットと非磁性基体とを上記関係として、スパッタにより所定厚さの磁性薄膜を形成する。これにより、基板の加熱や基板バイアス電圧の印加なしに、Ptを含まない磁性薄膜で1750 Oe以上の高保磁力が得られる。

【0013】このような高保磁力が得られる要因としては、定性的には磁性薄膜中の磁性粒子の斜め方向成分の増加、および薄膜化による粒子サイズの減少などが考えられるが、下地層の影響も考慮する必要があり、その説明は今後の課題である。

【0014】

【具体的構成】本発明の磁気記録媒体の構成例を図1に

5

示す。同図の磁気記録媒体は、非磁性基体2表面に、下地層3、磁性薄膜4、保護層5をこの順で有する。本発明は、図示例のような片面記録媒体の他、非磁性基体の両面に磁性薄膜を設けた両面記録媒体にも適用することができる。

【0015】非磁性基体2の材質に特に制限はなく、各種の金属、ガラス、セラミック、樹脂等、磁気ディスクの剛性基板として従来用いられている材質を用いればよいが、樹脂フィルム等の可撓性のものを用いてもよい。本発明では非磁性基体を加熱する必要がないので、耐熱性の低い樹脂、例えば熱変形温度(T<sub>g</sub>)が200℃以下の樹脂も用いることができる。表面性向上の難しいA1系材料を用いる場合には、その表面にNi-Pめっき膜などを形成したものを基体とし、かつめっき膜表面を研磨することにより平滑化をはかることができる。非磁性基体の形状はディスク状であり、その寸法は適宜決定すればよいが、通常、外径25〜300mm程度、厚さ0.3〜5mm程度とする。

【0016】下地層3は、実質的にCr、WまたはMoから構成され、スパッタにより形成される非磁性の連続薄膜である。下地層の厚さは、500〜5000Åとすることが好ましい。下地層が薄すぎると磁性薄膜のエピタキシャル成長が不十分となって高保磁力が得られなくなり、前記範囲を超える厚さとしても磁気特性向上は頭打ちとなるため、生産性が低下するだけになる。また、可撓性の非磁性基体を用いる場合に下地層が厚すぎると、媒体の可撓性が低くなってヘッドタッチが不良となり、出力変動が大きくなってしまう。

【0017】磁性薄膜4は、Co-Ni-Cr系合金、Co-Ta-Cr系合金またはCo-Ni-Ta-Cr系合金から構成される連続薄膜であり、磁化容易軸は膜の面内方向に優先的に配向している。磁性薄膜4の具体的組成は特に限定されず、高保磁力が得られる組成範囲から適宜選択すればよいが、通常、Niは20〜30原子%、Crは5〜20原子%、Taは1〜5原子%の範囲から選択することが好ましい。磁性薄膜には、必要に応じて、あるいは不可避的不純物として、O、N、Si、Al、Mn、Ar、B、C等の他の元素が含有されていてもよい。磁性薄膜の厚さは、50〜400Å、好ましくは100〜350Åとする。磁性薄膜が厚すぎると高保磁力が得られなくなる。

【0018】磁性薄膜は、スパッタにより形成される。用いるスパッタ法は特に限定されず、DCマグネトロンスパッタやRFマグネトロンスパッタ等のいずれを用いてもよい。スパッタに際しては、図2の(a)および(b)にそれぞれ示すように、ターゲット10表面の中心と非磁性基体2表面の中心とを結ぶ線が非磁性基体2表面となす角度を $\phi$ としたとき、角度 $\phi$ が40度以下、好ましくは35度以下となるように両者を配置する。このとき、非磁性基体の中心軸とターゲットの中心軸とが

6

一致している通常の状態( $\phi=90$ 度)から、図2の(a)に示すように、非磁性基体2をターゲット10に対して相対的に平行移動させた位置関係としてもよく、図2の(b)に示すように、非磁性基体2をターゲット10に対して相対的に回転させた位置関係としてもよく、図2の(a)と(b)とを組み合わせた構成、すなわち、非磁性基体2をターゲット10に対して相対的に平行移動させかつ回転させた位置関係としてもよい。両者をこのような位置関係とすることにより、ターゲットからの粒子は非磁性基体表面に対し斜めから入射することになる。なお、下地層を形成する際の角度 $\phi$ は、磁性薄膜形成の際の角度 $\phi$ と同様でよいが、異なってもよい。ターゲットと非磁性基体とを上記のような関係とすることにより、非磁性基体を加熱しないで磁性薄膜を形成した場合でも高保磁力が得られる。なお、角度 $\phi$ は0度超とするが、角度 $\phi$ の具体的値は、目的とする保磁力や生産性等を考慮して適宜決定すればよい。

【0019】磁性薄膜形成の際には、非磁性基体を回転させることが好ましい。これにより磁性薄膜を均質に形成でき、また、磁性薄膜の厚さを防ぐことができる。なお、下地層形成の際にも、同様な理由により非磁性基体を回転させることが好ましい。

【0020】磁性薄膜形成の際の雰囲気圧力は、高保磁力を得るためには0.5〜5Paとすることが好ましい。また、下地層形成の際の雰囲気圧力は、1〜5Paとすることが好ましい。その他のスパッタ条件は、公知の範囲から適宜選択すればよい。

【0021】保護層5は、磁性薄膜の保護のために設けられる非磁性層である。保護層は、各種酸化物、窒化物、炭化物、炭素、ケイ化物等や、これらの混合物などから構成することが好ましく、具体的には、例えば、C、SiO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiC、Si-Al-O-N(サイアロン)などのスパッタ膜が好ましく、また、磁性薄膜の上部を酸化して酸化物層を形成し、これを保護層としてもよい。保護層の厚さは、一般に50〜500Åとする。保護層が薄すぎると磁性薄膜の保護効果が不十分であり、厚すぎるとスペーシングロスによる再生出力低下が目立つようになる。

【0022】

【実施例】以下、本発明を実施例により具体的に説明する。

【0023】＜実施例1＞直径3.5インチのディスク状A1合金板の上にNi-Pめっき膜を形成して非磁性基体とし、この上に、Cr下地層、Co-Ni-Cr(7.5原子%Cr、30原子%Ni)磁性薄膜およびカーボン保護層を、1PaのAr雰囲気中でスパッタにより順次成膜し、磁気ディスクを得た。下地層の膜厚は2500Å、磁性薄膜の膜厚は300Å、保護層の膜厚は400Åとした。スパッタにはDCマグネトロ方式のスパッタ装置を用い、初期排気は $1 \times 10^{-4}$ Pa以下とし

た。スパッタ装置内では、非磁性基体とターゲットとを図2の(a)に示すように配置した。角度 $\phi$ は35度とし、非磁性基体を回転させながらスパッタを行なった。ターゲットの直径は8インチとした。なお、成膜中に非磁性基体の加熱は行なわなかった。

【0024】＜実施例2＞磁性薄膜の膜厚を200 Åとした以外はすべて実施例1と同様にした。

【0025】＜実施例3＞下地層の膜厚を3000 Å、磁性薄膜の膜厚を100 Åとした以外はすべて実施例1と同様にした。

【0026】＜実施例4＞角度 $\phi$ を30度、下地層の膜厚を3000 Å、磁性薄膜の膜厚を250 Åとした以外はすべて実施例1と同様にした。

【0027】＜実施例5＞磁性薄膜の膜厚を200 Åとした以外はすべて実施例4と同様にした。

【0028】＜比較例1＞磁性薄膜の膜厚を420 Åとした以外はすべて実施例4と同様にした。

【0029】＜比較例2＞磁性薄膜の膜厚を500 Åとした以外はすべて実施例4と同様にした。

【0030】＜比較例3＞角度 $\phi$ を42度、ターゲットの直径を3インチとし、下地層の膜厚を3000 Å、磁性薄膜の膜厚を500 Åとした以外はすべて実施例1と同様にした。

【0031】＜比較例4＞実施例1と同組成で直径3インチのターゲットを用い、角度 $\phi$ を42度とし、初期排気を $1 \times 10^{-4}$  Pa以下とした後、Ar雰囲気中で、下地層は5 Pa、磁性薄膜は2 Pa、保護膜は1 Paでスパッタを行なった。下地層の膜厚は3000 Å、磁性薄膜の膜厚は250 Åとした。

【0032】＜比較例5＞磁性薄膜の膜厚を100 Åとした以外はすべて比較例3と同様にした。

【0033】＜比較例6＞角度 $\phi$ を90度とし、磁性薄膜の膜厚を200 Åとした以外はすべて実施例4と同様にした。

【0034】以上の実施例および比較例の各磁気ディスクの磁気特性を、表2に示す。なお、磁気特性は、最大印加磁界強度を10 kOeとしてVSMにより測定した。

【0035】

【表2】

	保磁力 [Oe]	$\phi$ [度]	磁性薄膜 厚さ [Å]	下地層 厚さ [Å]
実施例1	1750	35	300	2500
実施例2	1807	35	200	2500
実施例3	1800	35	100	3000
実施例4	1820	30	250	3000
実施例5	1900	30	200	3000
比較例1	1650	30	420*	3000
比較例2	1380	30	500*	3000
比較例3	1040	42*	500*	3000
比較例4	1350	42*	250	3000
比較例5	1450	42*	100	3000
比較例6	1300	90*	200	3000

\* 本発明範囲外

【0036】表2に示すように、本発明の実施例では、Ptを含まない組成でしかも非磁性基体を加熱することなしに1750 Oe以上の保磁力が得られている。この結果から、本発明により、高密度記録が可能な磁気記録媒体が低コストで得られることが明らかである。

【図面の簡単な説明】

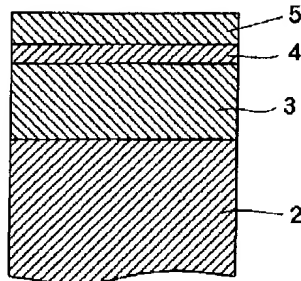
【図1】本発明の磁気記録媒体の構成例を部分的に示す断面図である。

【図2】(a)および(b)は、それぞれ、磁性薄膜形成の際のターゲット10と非磁性基体2との関係を示す説明図である。

【符号の説明】

- 2 非磁性基体
- 3 下地層
- 4 磁性薄膜
- 5 保護層
- 10 ターゲット

【図1】



【図2】

